

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 62-067449

(43)Date of publication of application : 27.03.1987

(51)Int.Cl.

G01N 30/30  
B01D 15/08

(21)Application number : 60-208516

(71)Applicant : HITACHI LTD

(22)Date of filing : 20.09.1985

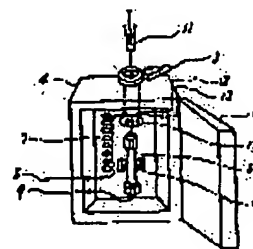
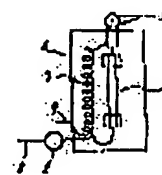
(72)Inventor : IWABUCHI HITOSHI  
HAMANO YOSHIMASA

## (54) LIQUID CHROMATOGRAPH

## (57)Abstract:

PURPOSE: To reduce the diffusion of a sample, by providing a preheating coil between a solvent feed pump and a sample injection port to be connected.

CONSTITUTION: A preheating coil 7 is provided between a solvent feed pump 2 and a sample injection port 3 to be connected. The sample injection port 3 is mounted on an upper wall of a column thermostatic vessel 4 and connected to a column 5 mounted with a column holder 10 in the thermostatic vessel 4. One end of the preheating coil 7 arranged in the column thermostatic vessel 4 is connected to the sample injection port 3 in the column thermostatic vessel 4 while the other end thereof is connected to the solvent feed pump 2 outside the column thermostatic vessel 4 through a solvent inlet pipe 8. The solvent fed from the solvent feed pump 2 is heated while passing through the preheating coil 7 in the column thermostatic vessel 4 and introduced into the sample injection port 3. The injection port 3 can be connected direct to the column 5 to enable the introduction of a sample over a shorter distance thereby permitting a higher separating capacity and preventing the diffusion of the sample.



⑩ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

昭62-67449

⑬ Int.Cl.<sup>4</sup>

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公開 昭和62年(1987)3月27日

G 01 N 30/30

7621-2G

B 01 D 15/08

審査請求 未請求 発明の数 1 (全4頁)

⑮ 発明の名称 液体クロマトグラフ

⑯ 特 願 昭60-206516

⑰ 出 願 昭60(1985)9月20日

⑱ 発 明 者 岩 淵 等 勝田市市毛882番地 洋式会社日立製作所那珂工場内

⑲ 発 明 者 浜 野 吉 政 勝田市市毛882番地 洋式会社日立製作所那珂工場内

⑳ 出 願 人 株式会社日立製作所 東京都千代田区神田駿河台4丁目6番地

㉑ 代 理 人 弁理士 小川 勝男 外2名

明 細 書

発明の名称 液体クロマトグラフ

特許請求の範囲

1. 溶媒送液ポンプ、試料注入口、プレヒートコイル、カラム恒温槽内に配設されたカラム、検出器部を備え、前記プレヒートコイルは前記溶媒送液ポンプで送液された溶媒を流通し、かつ所定の温度に加熱する液体クロマトグラフにおいて、前記プレヒートコイルを前記溶媒送液ポンプと試料注入口との間に設け、これら両者を連結したことを特徴とする液体クロマトグラフ。

発明の詳細な説明

〔発明の利用分野〕

本発明は液体クロマトグラフに関するものである。

〔発明の背景〕

第6図および第7図には液体クロマトグラフの従来例が示されている。同図に示されているように液体クロマトグラフは溶媒1、溶媒1を送液する溶媒送液ポンプ2、試料注入口3、カラム恒温

槽4、カラム5、検出器部6等より構成されている。そして試料注入口3はカラム恒温槽4の外に配設されており、溶媒送液ポンプ2で送液された溶媒1をその中を通して所定の温度に加熱するプレヒートコイル7は、試料注入口3とカラム5との間にこれら両者を連結し、かつカラム恒温槽4内に設けられている。なお同図において8は溶媒入口パイプ、9は検出器部6への溶媒出口パイプである。

このように従来の液体クロマトグラフでは溶媒1をカラム恒温槽4内のプレヒートコイル7を通して、一定温度にしてからカラム5に入れていたが、これではカラムに入る前のプレヒートコイル7がデットボリウムとなり、試料が拡散されて分離能を低下させていた。

〔発明の目的〕

本発明は以上の点に鑑みなされたものであり、分離能の向上を可能とした液体クロマトグラフを提供することを目的とするものである。

〔発明の概要〕

すなわち本発明は溶媒送液ポンプ、試料注入口プレヒートコイル、カラム恒温槽内に配置されたカラム、検出装置を備え、前記プレヒートコイルは前記溶媒送液ポンプで送液された溶媒を所定の温度に加熱する液体クロマトグラフにおいて、前記プレヒートコイルを前記溶媒送液ポンプと試料注入口との間に設け、これら両者間を連結したことを特徴とするものであり、これによつて試料注入口とカラムとは直接連結されカラム前での試料の拡散が軽減されるようになる。

#### (発明の実施例)

以下、図示した実施例に基づいて本発明を説明する。第1図および第2図には本発明の一実施例が示されている。なお従来と同じ部品には同じ符号を付したので説明を省略する。本実施例ではプレヒートコイル7を溶媒送液ポンプ2と試料注入口3との間に設け、これら両者間を連結した。このようにすることによりプレヒートコイル7は溶媒送液ポンプ2と試料注入口3との間に設けられ、これら両者間はプレヒートコイル7で連結される

ようになって、試料注入口3とカラム5とは直接連結され、カラム5前での試料の拡散が防止されるようになり、分離能の向上を可能とした液体クロマトグラフを得ることができる。

すなわちカラム恒温槽4の上壁に試料注入口3を取り付け、この試料注入口3とカラム恒温槽4内にカラムホルダ10で取り付けられたカラム5とを連結した。そしてカラム恒温槽4内に配置されたプレヒートコイル7の一方端をカラム恒温槽4内で試料注入口3と連結し、他方端は溶剤入口パイプ8を介してカラム恒温槽4外の溶媒送液ポンプ2と連結した。なお第2図において11はマイクロシリッジ、12、13はドレンチューブ、14はドア、15はサンプルコイルである。このようにすることにより溶媒送液ポンプ2から送液された溶媒はカラム恒温槽4内のプレヒートコイル7を通つて加温され、試料注入口3に導入される。従つて試料注入口3とカラム5とは直接連結できるようになって、試料は短い距離でカラム5に導入されるようになり、従来のようにプレヒートコ

イル7のデットボリュームによる試料の拡散が防止でき、分離能が向上できる。また、分離能が向上したのでセミマイクロ分析における高分離、再現性が得られるようになる。

すなわちセミマイクロ分析の場合は流速が0.06から0.1<sup>ml</sup>/分と従来の1から2<sup>ml</sup>/分比べて遅く、溶媒の量も従来のその約1/10である。従つてプレヒートコイル7が試料注入口3とカラム5との間に設けてある場合はカラム5に入る前に試料が拡散してしまう。従つてセミマイクロ分析として使用する場合には本実施例のようにしなければならない。

このように本実施例によればプレヒートコイル内径0.25φ、長さ60cmが試料注入口の後ろにある場合と手前にある場合とで、試料注入口からカラムまでの距離は後者の場合が内径0.25φのものが長さ5cmあればよく距離で約1/10に短縮できる。このためプレヒートコイル内のデットボリュームから理論段数が4000段から8000段に向上させることが可能となった。

また、液体クロマトグラフをセミマイクロ分析に使用した場合、本実施例によると理論段数が従来の1000段から6000段に向上できる。

すなわち本実施例によれば第3図に示されている標準サンプルのナフタレン、アントラセン、クリセンを分析した実線表示のクロマトグラムのように、点線表示の従来のクロマトグラムに比べピークの高さの半分の部分の幅すなわち半値幅Wが従来のそれより小さくカラム性能が高くなっているが、これは半値幅をW、試料注入時からピークが現われるまでの時間をTとした場合の理論段数(N) =  $5.54 \times (T/W)^2$  が本実施例の方が大きく、感度、分離がよくなったためである。

第4図(a)、(b)には本発明の他の実施例が示されている。本実施例では試料注入口3、カラム5、プレヒートコイル7などをカラム恒温槽4のドア14の内壁に設けた。ドア14を閉めればこれらプレヒートコイル7、カラム等はカラム恒温槽4内に収納されるが、この場合にも試料注入口3とカラム5とが連結され、溶媒送液ポンプ

と試料注入口3との間はプレヒートコイル7で連結されるようになって、前述の場合と同様な作用効果を奏することができる。

第5図には本発明の更に他の実施例が示されている。本実施例はプレヒートコイル7をカラム恒温槽4の外に設け、試料注入口3の手前でカラム温度と異った温度コントロールを行なう、例えば試料注入口3がカラム恒温槽4外にあつた場合にはプレヒートコイル7で加熱した溶媒は試料注入口3入口で放熱されて温度が低下する、このための予め温度低下を予測し高めに設定しておくようにしたものである。このようにすることによりカラム恒温槽4外の試料注入口3には温度低下を予測し高めに設定した溶媒が導入されるようになって、前述の場合と同様な作用効果を奏することができる。なおこの場合にプレヒートコイル7の部分をプレヒートボックス16で覆ったが、このようにすることにより効率よくその目的が達成できる。

〔発明の効果〕

第6図は従来の液体クロマトグラフの構成を示す系統図、第7図は従来の液体クロマトグラフの試料注入口およびカラム恒温槽内のプレヒートコイル、カラムの配置および接続状態を示す正面図である。

1…溶媒、2…溶媒送液ポンプ、3…試料注入口、4…カラム恒温槽、5…カラム、6…検出器部、7…プレヒートコイル、16…プレヒートボックス。

代理人 弁理士 小川勝男

上述のように本発明は液体クロマトグラフの分離能が向上するようになって、分離能の向上を可能とした液体クロマトグラフを得ることができる。

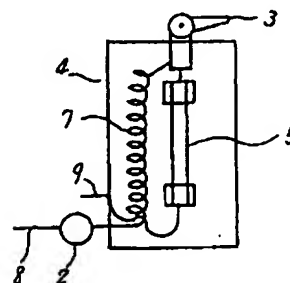
図面の簡単な説明

第1図は本発明の液体クロマトグラフの一実施例の溶媒送液ポンプおよびカラム恒温槽内のプレヒートコイル、試料注入口、カラムの配置接続状態を示す正面図、第2図は同じく一実施例のカラム恒温槽内へのプレヒートコイル、試料注入口、カラムの配置および接続状態を示す斜視図、第3図は同じく一実施例によるクロマトグラフと従来のクロマトグラフとの比較図、第4図(a)、

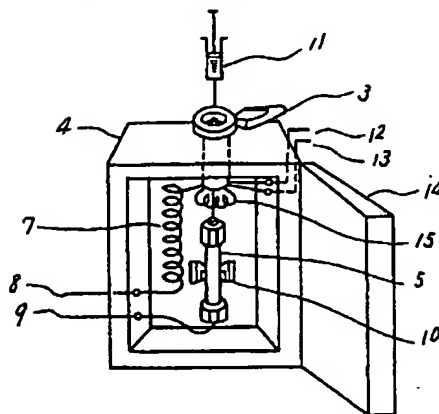
(b)は本発明の液体クロマトグラフの他の実施例のカラム恒温槽のドアへのプレヒートコイル、試料注入口、カラムの配置および接続状態を示すもので(a)はドアは閉じた状態を示す斜視図

(b)はドアを開放した状態を示す斜視図、第5図は本発明の液体クロマトグラフの更に他の実施例の溶媒送液ポンプ、プレヒートコイル、試料注入口、カラムの配置および接続状態を示す正面図、

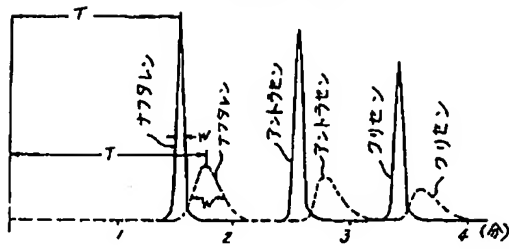
第1図



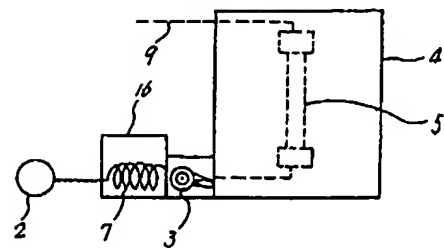
第2図



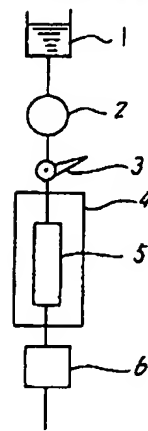
第3図



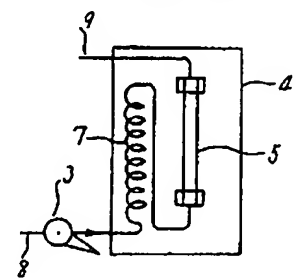
第5図



第6図



第7図



第4図

